

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ, МОЛОДІ ТА СПОРТУ УКРАЇНИ
ХАРКІВСЬКА НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ МІСЬКОГО ГОСПОДАРСТВА

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ

до виконання лабораторних робіт

з дисципліни

«АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ»

*(для студентів 2 курсу заочної форми навчання
напряму 6.060103 «Гідротехніка (водні ресурси)»)*

ХАРКІВ
ХНАМГ
2011

Методичні вказівки до виконання лабораторних робіт з дисципліни «Аналітична хімія» (для студентів 2 курсу заочної форми навчання напрям 6.060103 «Гідротехніка (водні ресурси)») / Харк. нац. акад. міськ. госп-ва; уклад.: О. О. Мураєва, Т. П. Нат, І. С. Зайцева, С. В. Волювач. – Х: ХНАМГ, 2011. – 43 с.

Укладачі: О. О. Мураєва,
Т. П. Нат,
І. С. Зайцева,
С. В. Волювач

Рецензент: доц., к.х.н. Т. Д. Панайотова

Рекомендовано кафедрою хімії,
протокол № 3 від 14.10.2009 р.

ВСТУП

Ці методичні вказівки до виконання лабораторних робіт призначені для студентів 2 курсу заочної форми навчання напряму 6.060103 “Гідротехніка (водні ресурси)” з дисципліни "Аналітична хімія".

У вивченні аналітичної хімії значна увага приділяється лабораторному практикуму, який дає можливість студентам набути практичних навичок та вмінь при виконанні хімічного аналізу. В зв'язку із зростанням значення очистки вод у вирішенні проблеми охорони навколишнього середовища головну увагу майбутніх спеціалістів цього профілю необхідно зосередити на методах дослідження природних вод, а також виробничих і побутових стоків. Тому до методичних вказівок включено лабораторні роботи з аналізу води.

На початку кожної лабораторної роботи наведені контрольні питання і вправи, відповіді на які дозволяють студентам удосконалити своє розуміння теоретичних і практичних знань з відповідних методів аналізу.

Лабораторна робота № 1

Приготування і стандартизація робочих розчинів у методі нейтралізації

1. Самостійна підготовка

Питання та задачі

1. У чому суть методу нейтралізації, які реакції лежать в його основі ?
2. Які речовини можна визначити методом нейтралізації і чому? Наведіть приклади.
3. Які робочі розчини використовують у методі нейтралізації? Якої концентрації їх готують і чому?
4. Які речовини використовують як вихідні, які до них ставляться вимоги?
5. Які індикатори використовують у методі нейтралізації? Що таке інтервал переходу і показник титрування індикатора?

6. На чому ґрунтується вибір індикатора, яке значення при цьому має стрибок рН на кривій титрування?
7. Наведіть приклади кривих титрування.
8. Скільки літрів 37%-ного розчину НСІ (густиною $1,19 \text{ г/см}^3$) потрібно взяти, щоб приготувати 200 мл 0,1Н розчину НСІ?
9. Скільки мілілітрів 2Н розчину NaOH потрібно взяти, щоб приготувати 500 мл 0,1Н розчину NaOH?
10. Скільки грамів $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ необхідно взяти для приготування 500 мл розчину, що використовують для визначення концентрації приблизно 0,1Н розчину НСІ?
11. Скільки грамів $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ необхідно взяти для приготування 250 мл розчину, що використовують для визначення концентрації приблизно 0,1Н розчину НСІ?
12. На титрування 20 мл 0,1Н розчину NaOH пішло 25 мл розчину НСІ. Визначити молярну та нормальну концентрації розчину НСІ, кількість грамів НСІ, що міститься в 1 л цього розчину.
13. Які значення рН ($7, >7, <7$) мають розчини таких речовин: CH_3COONa , CH_3COOH , Na_2CO_3 , NH_4Cl , NaCl ? Вкажіть, які робочі розчини потрібно використовувати під час титрування означених розчинів за методом нейтралізації, які індикатори треба застосовувати в кожному окремому випадку для визначення точки еквівалентності?
14. Скільки грамів CH_3COOH міститься у розчині, якщо на його титрування витрачено 15 мл 0,1 Н розчину NaOH.

2. Робота в лабораторії

Посуд та реактиви:

1. Хлороводнева кислота НСІ(конц.).
2. Тетраборат натрію $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (бура).
3. Гідроксид натрію NaOH.
4. Індикатори: метилоранж і фенолфталеїн -0,1%-ні розчини.

5. Бюретка місткістю 25 мл.
6. Колби мірні (250, 500, 1000 мл).
7. Конічна колба місткістю 250 мл.
8. Піпетки місткістю 10, 20 мл.

2.1. Особливості фіксування точки еквівалентності в методі нейтралізації

Більша або менша точність фіксування точки еквівалентності залежить від якості й кількості індикатора, а також від порядку титрування. Кількість індикатора повинна бути 1-2 краплі на 25 мл розчину.

Порядок титрування також є дуже важливим при фіксуванні точки еквівалентності. Наприклад, якщо титрувати кислоту лугом у присутності метилового жовтогарячого, то закінчення титрування повинне супроводжуватися зміною забарвлення від однієї краплі луку з рожевого на жовте, при цьому забарвлення не зникає впродовж 30 секунд. Цей перехід забарвлення сприймається важко й не може бути встановлений достатньо точно. Набагато легше фіксувати зворотну зміну забарвлення, тобто перехід з жовтого до рожевого. Тому титрування з метиловим жовтогарячим рекомендують проводити від луку до кислоти.

При титруванні від кислоти до луку з фенолфталеїном відбувається легко вловимий перехід забарвлення (від безбарвного до рожевого). Однак і зворотна зміна його спостерігається досить точно. Тому порядок титрування не має тут такого значення, як за вживання метилового жовтогарячого.

Варто звернути увагу на ті обставини, що при різному порядку титрування титрують до різних відтінків забарвлення й, отже, до різних величин рН. Відомо, що при титруванні сильних кислот сильними лугами (або навпаки) рН за повної нейтралізації (точка еквівалентності) дорівнює 7. Тоді очевидно, що при титруванні луку кислотою з метиловим жовтогарячим титрування закінчують (щоб не сильно перетитрувати) за рН 4,0 (забарвлення змінюється від жовтого до жовтогарячого). Якщо титрувати кислоту лугом, то титрування слід закінчувати за рН 4,4 (від рожевого до жовтого забарвлення). При титруванні з фенолфталеїном кислоти лугом титрування закінчують за рН 9 (поява слабого рожевого забарвлення), а від луку до кислоти за рН 8,2 (знебарвлення).

Щоб легше зафіксувати зміну забарвлення на момент закінчення титрування, зручно, особливо при титруванні з метиловим жовтогарячим, користуватися так званим **свідком**. Для приготування такого свідка до колби вміщують приблизно таку ж кількість дистильованої води, яким буде загальний об'єм

розчину на момент закінчення титрування. Додавши стільки крапель метилового жовтогарячого, скільки його будуть уживати при титруванні, додають туди ж з бюретки 1-2 краплі кислоти, щоб з'явилося дуже слабке, але помітне рожеве забарвлення розчину. До такого ж відтінку намагаються довести забарвлення досліджуваного розчину при титруванні.

Застосування свідка дає можливість не тільки впевненіше й точніше встановити момент кінця нейтралізації, але й ввести поправку на той надлишок кислоти, що витрачається при титруванні з метиловим жовтогарячим, щоб викликати досить помітне рожеве забарвлення.

Іноді, поряд з описаним свідком (або замість нього), застосовують також інший свідок, який відрізняється від першого відсутністю кислоти і має суто жовте забарвлення. Поставивши обидва свідка поруч з розчином, що титрують, і весь час порівнюючи з ними забарвлення розчину, можна ще точніше зафіксувати момент закінчення нейтралізації.

2.2. Приготування і стандартизація робочого розчину HCl

Для виконання роботи необхідно:

- а) приготувати стандартний 0,1 Н розчин бури ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$);
- б) приготувати приблизно 0,1Н розчин HCl;
- в) визначити точну концентрацію HCl шляхом титрування розчину бури розчином HCl.

2.2.1. Приготування стандартного 0,1Н розчину бури

Розраховують наважку бури $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, необхідну для приготування 0,1 Н розчину в об'ємі, що співвідноситься із місткістю мірної колби.

Розраховану наважку бури беруть на аналітичних терезах у попередньо зваженому бюксі або на годинниковому склі. Зважувати на аналітичних терезах точно розраховану кількість не прийнято, оскільки на це йде багато часу, наважка повинна бути близькою до теоретичної.

Наважку переносять до ретельно вимитої мірної колби через суху лійку. Залишки в бюксі та на воронці ретельно змивають гарячою дистильованою водою з промивалки, добре промивають лійку, потім додають гарячої води 2/3 місткості колби, виймають лійку й обертальними рухами перемішують вміст кол-

би до повного розчинення бури. Розчин охолоджують до кімнатної температури, додають дистильованої води до позначки, щільно закривають колбу пробкою і ретельно перемішують розчин.

Знаходять поправочний коефіцієнт (K)

K = практично взята наважка / теоретично розрахована наважка
і визначають концентрацію отриманого розчину

$$C = K \cdot 0,1 \text{ моль/л,}$$

де C – нормальна концентрація розчину бури, моль- екв/л

2.2.2. Приготування приблизно 0,1N розчину HCl

Розраховують, яка кількість грамів HCl повинна міститися в 250 мл 0,1N розчину. Потім для подальших розрахунків визначають густину наявної хлороводневої кислоти. Її вимірюють ареометром, для чого останній занурюють у циліндр з кислотою, а потім за таблицею (див. Довідник хіміка) знаходять процентну концентрацію її за знайденою густиною кислоти. Розраховують, в якій кількості кислоти, що є в лабораторії, міститься потрібне число грамів чистого HCl. Але оскільки зважувати кислоту незручно, то перераховують масу її на об'єм V , виходячи із співвідношення

$$V = m/\rho ,$$

де m - маса кислоти, г;

ρ - густина кислоти, г/см³.

Відміряють знайдений об'єм кислоти маленьким циліндром або піпеткою, розводять дистильованою водою до 250 мл у мірній колбі і ретельно перемішують отриманий розчин.

2.2.3. Визначення нормальної концентрації приготовленого розчину хлороводневої кислоти за бурою –стандартизація розчину хлороводневої кислоти

Нормальну концентрацію кислоти встановлюється титруванням розчину бури з метиловим жовтогарячим 0,1N розчином хлороводневої кислоти.

Хлороводневу кислоту наливають через лійку в ретельно вимиту бюретку, яку перед тим ополіскують невеликими порціями розчину, для виведення залишків води, вище нульової позначки.

Заповнюють розчином носик бюретки, витиснувши з нього повітряні бульбашки. Потім знімають лійку й встановлюють нижній край меніска хлороводневої кислоти на нульовій позначці.

Хід визначення. Виконуючи всі правила, переносять піпеткою, яку двічі ополіскують розчином бури, до чистої конічної колби 10 або 20 мл розчину бури, не видуваючи останню краплю з піпетки, а знімаючи її дотиком кінця піпетки до внутрішньої стінки колби для титрування, додають 2 – 3 краплини метилового жовтогарячого, після чого колбу підставляють під бюретку таким чином, щоб кінець бюретки ввійшов у колбу на 1 – 2 см, і починають титрування, поклавши заздалегідь під колбу білий аркуш паперу. Титрування проводять, підтримуючи колбу правою рукою, а лівою, відкриваючи кран бюретки, обережно невеликими порціями доливають хлороводневу кислоту, при цьому вміст колби безперервно перемішують плавними обертальними рухами.

Титрування вважають закінченим на той момент, коли забарвлення індикатора в розчині перейде (від додавання однієї краплі хлороводневої кислоти) з жовтого в жовтогаряче ($\text{pH}=4$) – див. п. 2.1.

Під час титрування зручно користуватися "свідком". Для цього в окрему колбу відміряють циліндром 50 мл дистильованої води, додають 1 – 2 краплини, метилового жовтогарячого, а із бюретки – 1 краплину розчину хлороводневої кислоти. Розчин повинен мати помітне жовтогаряче забарвлення. При користуванні "свідком" титрування закінчують, коли розчин прийме колір "свідка". Визначають за бюреткою (з точністю до сотих мілілітра) об'єм розчину кислоти, витраченої на титрування, і занотовують дані в журнал.

Титрування повторюють кілька разів, причому кожного разу рівень розчину в бюретці треба встановлювати на нуль, а при відліку стежити за тим, щоб око було на рівні меніску.

Отримані результати занотовують у вигляді таблиці:

| № п/п | Кількість мл розчину бури, взятого на титрування | Концентрація бури, моль/л | Кількість мл розчину НСІ, витраченого на титрування | Концентрація НСІ, моль/л |
|-------|--|---------------------------|---|--------------------------|
| 1. | | | | |
| 2. | | | | |
| 3. | | | | |

Визначають нормальну концентрацію хлороводневої кислоти із співвідношення

$$C_{\text{бури}} \cdot V_{\text{бури}} = C_{\text{НСІ}} \cdot V_{\text{НСІ}},$$

де $C_{\text{бури}}$ і $C_{\text{НСІ}}$ - нормальні концентрації відповідних розчинів, моль/л;

$V_{\text{бури}}$ і $V_{\text{НСІ}}$ – об'єми відповідних розчинів, мл.

2.3. Приготування та стандартизація робочого розчину лугу

У методі нейтралізації, в якості розчинів лугів, використовують 0,1Н розчини гідроксидів калію або натрію.

Оскільки NaOH і КОН енергійно реагують з CO₂ повітря, утворюючи на поверхні реактиву карбонати, та є гігроскопічними, то їх розчини готують не за точною наважкою, а приблизно 0,1Н. Точну концентрацію розчинів NaOH або КОН визначають за первинним 0,1Н розчином хлороводневої кислоти.

Розчини NaOH і КОН готують наступним чином: відважують на технічних вагах NaOH або КОН у кількості, трохи більшій, ніж треба за розрахунком для приготування 0,1 Н розчину.

2.3.1. Приготування приблизно 0,1Н розчину NaOH

Для приготування 1 л 0,1Н розчину гідроксиду натрію наважка NaOH повинна бути 4 г, але замість розрахованих 4 г NaOH беруть 5 – 6 г. Наважку вміщують у склянку, швидко ополіскують 2 – 3 рази малими порціями води. Промитий їдкий натр вміщують у калібровану на 1 л колбу і готують розчин. Спочатку слід долити невелику кількість води, а коли реактив розчиниться, дають розчинові охолонути і доводять об'єм розчину до позначки.

2.3.2. Стандартизація приготовленого розчину гідроксиду натрію

Стандартизацію розчину NaOH виконують за стандартизованим робочим розчином НСІ або за 0,1 Н розчином НСІ, який приготували з фіксаналу. Для титрування сильної кислоти гідроксидом натрію можна вибрати будь-який індикатор, рН якого найближче підходить до рН =7 (точка еквівалентності). У

випадку титрування сильних кислот лугами (або навпаки) можуть використовуватися як метиловий жовтогарячий так і фенолфталеїн).

Хід визначення. До колби на 200-250мл піпеткою вміщують 10-20 мл 0,1 Н розчину HCl, додають 2-3 краплини метилового жовтогарячого і швидко титрують із бюретки розчином NaOH до переходу кольору від червоного через жовтогарячий до жовтого від однієї краплини NaOH. Користуючись кількома індикаторами (метиловий жовтогарячий, фенолфталеїн), перевіряють нормальність розчину лугу.

З фенолфталеїном розчин HCl титрують від безбарвного до слабко-рожевого забарвлення, яке не зникає протягом 30 сек. Чи є різниця в результатах титрування і чому? Поясніть, чому при титруванні сильних кислот лугами (або навпаки) можна використовувати і метиловий жовтогарячий і фенолфталеїн? Титрування повторюють не менш ніж 3 рази. Отримані результати занотують до журналу у вигляді таблиці:

| № п/п | Об'єм розчину HCl, що використовували для титрування, мл | Концентрація HCl, моль/л | Об'єм розчину NaOH, витраченого на титрування, мл | Концентрація NaOH, моль/л |
|-------|--|--------------------------|---|---------------------------|
| 1. | | | | |
| 2. | | | | |
| 3. | | | | |

Розрахунок концентрації лугу виконують за формулою

$$C_{NaOH} = \frac{C_{HCl} \cdot V_{HCl}}{V_{NaOH}} \quad \text{моль/л,}$$

де C_{HCl} – нормальна концентрація кислоти, моль/л;

V_{HCl} – об'єм кислоти, що пішла на титрування, мл;

V_{NaOH} – об'єм лугу, що взяли для титрування, мл.

Лабораторна робота № 2
Визначення кислотності та лужності води

1. Самостійна підготовка

Питання та задачі

1. Що таке кислотність води, присутністю яких сполук вона зумовлена?
2. Що таке загальна, вільна, активна кислотності води?
3. Як визначають різні форми кислотності води?
4. Що таке лужність води, присутністю яких сполук вона зумовлена?
5. Що розуміють під загальною та вільною лужністю води?
6. Що таке гідрокарбонатна, карбонатна та гідратна лужність води?
7. Як визначають різні форми лужності?
8. Які речовини зумовлюють водночас і загальну кислотність, і загальну лужність води?
9. При визначенні кислотності стічних вод на титрування 100 мл води (за фенолфталеїном) витрачено 10 мл 0,1Н розчину NaOH. Чому дорівнює кислотність води?
10. На титрування 100 мл досліджуваної води витрачено за метилоранжем 5 мл, а за фенолфталеїном 2 мл 0,1Н розчину HCl. Визначити вільну і загальну лужність води.
11. При визначенні активної кислотності води знайдено, що рН її дорівнює 5,8. Чому дорівнює концентрація іонів водню в цій воді?
12. рН води дорівнює 6. Які показники якості води можна визначити методом нейтралізації?

2. Робота в лабораторії

Посуд та реактиви:

1. 0,1Н розчин NaOH; 0,1Н розчин HCl.
2. Індикатори: метиловий жовтогарячий (метилоранж) і фенолфталеїн.
3. Бюретка місткістю 25 мл.
4. Конічна колба місткістю 250 мл.
5. Піпетка місткістю 100 мл.

2.1. Визначення кислотності води

Кислотність природних вод залежить, головним чином, від вмісту розчиненого вільного діоксиду вуглецю, гумінових та інших слабких органічних кислот. Визначення кислотності проводять, зазвичай, одразу після відбору проби води.

Кислотність води визначається титруванням проби води 0,1Н розчином NaOH. При титруванні електрометричним методом за допомогою рН-метру, кінець титрування вільної кислотності має місце при $pH \approx 4,5$, а загальної кислотності при $pH \approx 8,3$.

При звичайному титруванні з використанням індикаторів метилового жовтогарячого (інтервал переходу забарвлення $pH = 3-4,4$, а $pT=4$) і фенолфталеїну (інтервал переходу забарвлення $pH=8,2-10$, а $pT=9$) кількість 0,1Н розчину NaOH, при використанні якого рН розчину досягає значення 4,4 відповідає вільній кислотності, а 9 – загальній кислотності. Якщо рН досліджуваної води більше за 9 (забарвлення фенолфталеїну рожеве), то її кислотність дорівнює нулю.

Треба чітко з'ясувати, присутністю яких речовин зумовлена вільна і загальна кислотність і що таке активна реакція середовища.

2.1.1. Хід визначення вільної кислотності води ($pH < 4,4$).

У конічну колбу на 200-250 мл піпеткою налити 100 мл досліджуваної води, додати 3– 4 краплини розчину метилового жовтогарячого і титрувати 0,1Н робочим розчином їдкого натру до появи жовтого забарвлення індикатора ($pH=4,4$). Титрування повторюють кілька разів.

Вільну кислотність (K_B) розраховують за формулою

$$K_B = \frac{C_{NaOH} \cdot V_{NaOH} \cdot 1000}{V_{H_2O}} \quad \text{ммоль/л},$$

де C_{NaOH} - нормальна концентрація розчину NaOH, моль/л;

V_{NaOH} - об'єм 0,1Н розчину NaOH, витраченого на титрування у присутності метилового жовтогарячого, мл;

V_{H_2O} - об'єм проби досліджуваної води, взятої для титрування, мл.

2.1.2. Хід визначення загальної кислотності води

У конічну колбу на 200-250 мл піпеткою вмістити 100 мл досліджуваної води, додати 2–3 краплини розчину фенолфталеїну і титрувати 0,1Н робочим розчином NaOH до появи слабо рожевого забарвлення розчину (pH=9), яке не зникає протягом 30 сек. Титрування повторюють кілька разів.

Загальну кислотність (K_3) розраховують за формулою

$$K_3 = \frac{C_{NaOH} \cdot V_{NaOH} \cdot 1000}{V_{H_2O}} \quad \text{ммоль/л,}$$

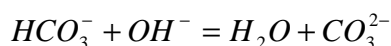
де C_{NaOH} - нормальна концентрація розчину NaOH, моль/л;

V_{NaOH} - об'єм 0,1Н розчину NaOH, витраченого на титрування у присутності фенолфталеїну, мл;

V_{H_2O} - об'єм проби досліджуваної води, взятої для титрування, мл.

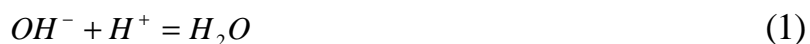
2.2. Визначення лужності води

Під **загальною лужністю** води розуміють суму аніонів OH^- , CO_3^{2-} , HCO_3^- , що містяться у воді. Одночасно всі аніони існувати не можуть внаслідок перебігу кислотно-лужної взаємодії:



Іони HCO_3^- існують в інтервалі pH 4-9. При pH<9 тільки гідрокарбонат-іони зумовлюють загальну лужність води. Іони OH^- , CO_3^{2-} існують при pH> 9 і зумовлюють вільну лужність води.

Метод визначення загальної лужності води та її компонентів базується на титруванні проби води 0,1Н розчином HCl у присутності метилоранжу до переходу забарвлення від жовтого до жовтогарячого. При цьому має місце перебіг таких реакцій:



Вільна лужність визначається титруванням проби води 0,1Н розчином НСІ у присутності фенолфталеїну до знебарвлення його розчину.

Якщо титрування проводити за допомогою рН- метру (електрометричний метод), то кінець титрування вільної лужності має місце при $pH \approx 8,3$, а загальної лужності при $pH \approx 4,5$.

При звичайному титруванні з використанням індикаторів метилового жовтогарячого і фенолфталеїну кількість 0,1Н розчину НСІ, при використанні якого рН розчину досягає значення 8,2 (знебарвлення фенолфталеїну), відповідає вільній лужності, а 4 (перехід жовтого забарвлення в жовтогаряче) – загальній лужності. Якщо рН досліджуваної води менше за 4 (забарвлення метилового жовтогарячого - жовтогаряче чи червоне), то її лужність дорівнює нулю. Визначення лужності треба проводити безпосередньо після відбору проби води, але не пізніше, ніж через 24 год.

2.2.1. Хід визначення вільної лужності ($pH > 9$)

У конічну колбу на 200-250 мл відміряти піпеткою 100 мл досліджуваної води, додати 2–3 краплини фенолфталеїну і титрувати 0,1Н розчином НСІ до знебарвлення розчину від однієї краплини розчину НСІ (об'єм V_1).

Вільну лужність (L_B) розраховують за формулою

$$L_B = \frac{V_{HCl} \cdot C_{HCl} \cdot 1000}{V_{H_2O}} \quad \text{ммоль/л,} \quad (4)$$

де C_{HCl} - нормальна концентрація розчину НСІ, моль/л;

$V_1 \text{ НСІ}$ - об'єм 0,1Н НСІ, витрачений на титрування у присутності фенолфталеїну, мл;

V_{H_2O} - об'єм проби води, взятої для дослідження, мл.

2.2.2. Хід визначення загальної лужності води

У конічну колбу місткістю 250 мл піпеткою відміряти 100 мл досліджуваної води, додати 2-3 краплини метилового жовтогарячого і титрувати 0,1Н робочим розчином НСІ до переходу забарвлення від жовтого до жовтогарячого ($pH=4$)- об'єм V_2 .

Розрахунок лужності загальної (L_3) ведуть за формулою

$$L_3 = \frac{C_{HCl} \cdot V_{2HCl} \cdot 1000}{V_{H_2O}} \quad \text{ммоль/л,} \quad (5)$$

де C_{HCl} - нормальна концентрація робочого розчину HCl , моль/л.

$V_{2\text{HCl}}$ - об'єм робочого розчину HCl , що пішов на титрування в присутності метилового жовтогарячого, мл;

$V_{\text{H}_2\text{O}}$ - об'єм проби води, взятої для дослідження, мл.

Примітка. Загальну і вільну лужність можна визначити в інший спосіб - в одній пробі води.

Хід визначення. Спочатку знаходять вільну лужність, титруючи пробу води 0,1Н розчином HCl з фенолфталеїном (V_1) до знебарвлення (див. дослід 2.2.1). Потім до цієї ж проби води, після зникнення рожевого забарвлення, додають 2-3 краплини метилового жовтогарячого і продовжують титрувати 0,1Н розчином HCl до переходу забарвлення від жовтого до жовтогарячого (V_3).

Тоді, вільну лужність розраховують за формулою (4), а загальну лужність за формулою

$$Лз = \frac{C_{\text{HCl}} \cdot (V_{1\text{HCl}} + V_{3\text{HCl}}) \cdot 1000}{V_{\text{H}_2\text{O}}} \quad (6)$$

За результатами такого визначення різних видів лужності води можна розкласти лужність на **гідратну, карбонатну і гідрокарбонатну** та оцінити внесок кожної з них у загальну лужність води.

1) Якщо $V_1 = V_3$, то лужність води зумовлена виключно іонами CO_3^{2-} і така лужність має назву карбонатної лужності. Для обчислення карбонатної лужності використовують об'єм $2V_1$.

2) Якщо $V_1 > V_3$, то компонентами лужності води є іони CO_3^{2-} і OH^- . Ці іони зумовлюють карбонатну і гідратну лужність, відповідно. Для обчислення карбонатної лужності використовують об'єм $2V_3$, гідратної лужності – об'єм $(V_1 - V_3)$.

3) Якщо $V_1 < V_3$ то компонентами лужності води є іони CO_3^{2-} , HCO_3^- . Ці іони зумовлюють карбонатну і гідрокарбонатну лужність води. Для обчислення карбонатної лужності використовують об'єм $2V_1$, гідрокарбонатної $(V_3 - V_1)$. Загальну лужність обчислюють з урахуванням $(V_1 + V_3)$.

Оцініть які іони зумовлюють лужність води та внесок кожної з лужностей води в загальну лужність води.

Лабораторна робота № 3

Визначення наявності різних форм вуглекислоти.

1. Самостійна підготовка

Питання та задачі

1. Що називають вільною, напівзв'язаною та зв'язаною вуглекислотою?
2. Що таке рівноважна вуглекислота, як змінюється її наявність при підвищенні карбонатної твердості води і зростанні концентрації іонів Ca^{2+} ?
3. Яка вуглекислота називається агресивною? Поясніть дію агресивної вуглекислоти на бетон і корозію металічних труб.
4. Методика визначення вільної вуглекислоти, карбонат- та- гідрокарбонат-іонів.
5. Обчислення агресивної CO_2 за даними аналізу.
6. Визначити у воді концентрацію HCO_3^- іона коли відомо, що $\text{pH} = 9$, концентрація CO_3^{2-} - іона = 6 моль/л. Константа дисоціації вуглекислоти за другим ступенем $K_2 = 4,69 \cdot 10^{-11}$, $t = 25^\circ \text{C}$.

2. Робота в лабораторії

Посуд та реактиви:

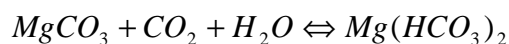
1. 0,1Н розчин NaOH; 0,1Н розчин HCl.
2. Індикатори: фенолфталеїн та метилоранж (метиловий жовтогарячий).
3. Бюретка місткістю 25 мл.
4. Конічна колба місткістю 250 мл.
5. Піпетка місткістю 100 мл.

Вугільна кислота та її форми вмісту у воді

Вугільна кислота у воді може бути присутня у трьох формах: **вільної** (CO_2), **напівз'язаної** (HCO_3^-) та **зв'язаної** (CO_3^{2-}).

Діоксид вуглецю CO_2 , під час розчинення у воді, частково вступає з нею у взаємодію з утворенням вугільної кислоти. Окремо визначити вміст діоксиду вуглецю і вугільної кислоти у воді важко, тому сумарну концентрацію цих компонентів приймають за концентрацію **вільної** вугільної кислоти. Так як тільки близько 1% розчиненого діоксиду вуглецю утворює вугільну кислоту, розрахунок вмісту вільної вугільної кислоти ведеться на діоксид вуглецю CO_2 . Концентрація вільної вугільної кислоти в поверхневих водах може досягати 10—30 мг/л.

Напівзв'язаною формою вугільної кислоти у воді є **гідрокарбонат - іони** HCO_3^- , які утворюються в процесі дисоціації вугільної кислоти за 1-й ступенем: $\text{H}_2\text{CO}_3 = \text{H}^+ + \text{HCO}_3^-$, а також у результаті розчинення карбонатних порід під дією вугільної кислоти:



Гідрокарбонат-іони - найпоширеніша форма вугільної кислоти в природних водах (до 300 мг/л). Вони зумовлюють лужність і карбонатну твердість води.

При дисоціації вугільної кислоти за 2-м ступенем утворюються карбонат-іони: $\text{HCO}_3^- \rightleftharpoons \text{H}^+ + \text{CO}_3^{2-}$ (**зв'язана форма** вугільної кислоти). Вони містяться тільки в лужних водах (при $\text{pH} > 9$) у присутності іонів Ca^{2+} і Mg^{2+} . Вміст CO_3^{2-} у природних водах невеликий внаслідок малої розчинності карбонату кальцію.

2.1. Визначення вільної вуглекислоти CO_2

Визначення вмісту вільної CO_2 проводять титруванням проби води 0,1Н розчином лугу NaOH у присутності фенолфталеїну. При цьому CO_2 переходить в гідрокарбонат-іон:



Хід визначення. Піпеткою відміряти 100 мл досліджуваної води, додати 2-3 краплини фенолфталеїну і титрувати 0,1Н розчином NaOH (розчин лугу додавати краплинами). При цьому кожен раз закривати колбу гумовою пробкою і перемішувати вміст колби плавним похитуванням до появи слабого рожевого забарвлення розчину, яке не повинно зникати протягом 30 сек.

Під час титрування слід користуватися "свідком". Занотувати результати титрування і виконати розрахунок вмісту вільної вуглекислоти за формулою

$$X_{\text{CO}_2} = \frac{C_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} \cdot 1000}{V_{\text{H}_2\text{O}}} \quad \text{ммоль-екв/л,}$$

де C_{NaOH} - нормальна концентрація розчину лугу, моль/л;

V_{NaOH} - об'єм розчину лугу, мл;

$V_{\text{H}_2\text{O}}$ - об'єм проби води, взятої для аналізу, мл.

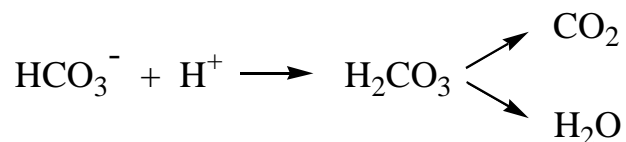
Вміст вільної CO_2 (мг/л) розраховують як

$$Y_{\text{CO}_2} = X_{\text{CO}_2} \cdot M_e \quad \text{мг/л,}$$

де M_e - молярна маса еквіваленту CO_2 , що дорівнює 44 г/ моль.

2.2. Визначення вмісту гідрокарбонат-іонів (напівзв'язаної вуглекислоти) при $4 < \text{pH} < 9$

Гідрокарбонат-іони (HCO_3^-) титруються 0,1Н розчином HCl у присутності метилового жовтогарячого. При цьому має місце перебіг наступної реакції:



Наприкінці титрування реакція, як можна бачити з рівняння, повинна бути слабкокислою, тому за індикатор беруть метиловий жовтогарячий.

Хід визначення. У конічну колбу піпеткою відміряти 100 мл досліджуваної води, додати 2-3 краплини метилового жовтогарячого і титрувати 0,1Н розчином HCl від жовтого до жовтогарячого забарвлення індикатора ($\text{pH}=4$).

Розрахунок вмісту HCO_3^- проводять за формулою

$$X_{\text{HCO}_3^-} = \frac{C_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{HCl}} \cdot 1000}{V_{\text{H}_2\text{O}}} \quad \text{ммоль-екв/л,}$$

де C_{HCl} – нормальна концентрація розчину HCl , моль/л;

V_{HCl} – об'єм розчину HCl , що пішов на титрування, мл;

$V_{\text{H}_2\text{O}}$ - об'єм проби досліджуваної води, взятої для аналізу, мл.

Вміст іону HCO_3^- (мг/л) розраховують як

$$Y_{\text{HCO}_3^-} = X_{\text{HCO}_3^-} \cdot M_e \quad \text{мг/л,}$$

де M_e - молярна маса еквіваленту іонів HCO_3^- , що дорівнює 61 г/ моль.

2.3. Розрахунок агресивної вуглекислоти

Визначення агресивної вуглекислоти виконують, користуючись даними табл.1. Введемо позначення: нехай S – це сума вільної і напівзв'язаної вуглекислоти ($C_{\text{CO}_2} + C_{\text{HCO}_3^-}$), мг/л; q - сума напівзв'язаної і агресивної вуглекислоти, мг/л.

Складемо знайдені кількості вільної і напівзв'язаної вуглекислоти (останню знаходять множенням ммоль/л HCO_3^- на 22). Отриману суму знаходять в графі “ S ”, а в графі “ q ” – суму напівзв'язаної та агресивної вуглекислоти. Кіль-

кість агресивної вуглекислоти знаходять, відніманням вмісту напівзв'язаної кислоти від числа у графі "q".

Приклад. Вміст іону $\text{HCO}_3^- = 4,55$ ммоль/л і вільної вуглекислоти $\text{CO}_2 = 60$ мг/л, тоді вміст напівзв'язаної вуглекислоти буде $4,55 \times 22 = 100$ мг/л, сума вільної та напівзв'язаної вуглекислоти буде $100 + 60 = 160$ мг/л. Знаходимо число 160 в графі "S" і відповідне йому число в графі "q" – 118,1. Цифра 118,1 є сумою напівзв'язаної та агресивної вуглекислоти.

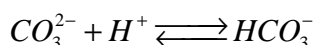
Віднімаючи вміст напівзв'язаної вуглекислоти від суми напівзв'язаної та агресивної вуглекислоти, знаходимо кількість агресивної вуглекислоти:

$$\text{CO}_2 = 118,1 - 100 = 18,1 \text{ (мг/л)}.$$

2.4. Визначення карбонат-іонів CO_3^{2-} та гідрокарбонат-іонів HCO_3^- у воді при спільній їх присутності (рН > 9)

2.4.1. Визначення вмісту іонів CO_3^{2-}

У конічну колбу місткістю 250 мл відміряти піпеткою 100 мл досліджуваної води, додати 2-3 краплини фенолфталеїну і титрувати 0,1Н розчином НСІ до зникнення рожевого забарвлення (V_1). При цьому відбувається реакція:



Розрахунок вмісту карбонат-іонів виконують за формулою

$$X_{\text{CO}_3^{2-}} = \frac{C_{\text{HCl}} \cdot V_{1\text{HCl}} \cdot 1000}{V_{\text{H}_2\text{O}}} \quad \text{ммоль-екв/л,}$$

де C_{HCl} - нормальна концентрація розчину НСІ, моль/л;

$V_{1\text{HCl}}$ - об'єм 0,1Н розчину НСІ, що пішов на титрування у присутності фенолфталеїну, мл;

$V_{\text{H}_2\text{O}}$ - об'єм проби води, взятої для аналізу, мл.

Вміст іону CO_3^{2-} (мг/л) розраховують як

$$Y_{\text{CO}_3^{2-}} = X_{\text{CO}_3^{2-}} \cdot M_e \quad \text{мг/л,}$$

де M_e - молярна маса еквіваленту іонів CO_3^{2-} , що дорівнює 60 г/моль

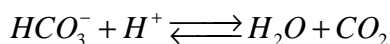
Розчин не виливають, а діють так, як описано нижче.

Таблиця 1. Обчислення агресивної CO₂

| S | q | S | q | S | Q | S | Q | S | q |
|----|------|----|------|-----|-------|-------|-------|-----|-------|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
| 1 | 1 | 45 | 43,0 | 89 | 77,3 | 133 | 104,3 | 177 | 126,2 |
| 2 | 2 | 46 | 43,9 | 90 | 78,0 | 134,8 | 104,8 | 178 | 126,6 |
| 3 | 3 | 47 | 44,7 | 91 | 78,7 | 135 | 105,4 | 179 | 127,0 |
| 4 | 4 | 48 | 45,6 | 92 | 79,3 | 136 | 105,9 | 180 | 127,5 |
| 5 | 5 | 49 | 46,5 | 93 | 80,0 | 137 | 106,5 | 181 | 127,9 |
| 6 | 6 | 50 | 47,3 | 94 | 80,8 | 138 | 106,9 | 182 | 128,4 |
| 7 | 7 | 51 | 47,8 | 95 | 81,4 | 139 | 107,5 | 183 | 128,6 |
| 8 | 8 | 52 | 48,4 | 96 | 82,1 | 140 | 108,1 | 184 | 129,2 |
| 9 | 9 | 53 | 49,0 | 97 | 82,7 | 141 | 108,6 | 185 | 129,7 |
| 10 | 10 | 54 | 50,7 | 98 | 83,3 | 142 | 109,1 | 186 | 130,2 |
| 11 | 11 | 55 | 51,5 | 99 | 84,0 | 143 | 109,6 | 187 | 130,6 |
| 12 | 12 | 56 | 52,4 | 100 | 84,6 | 144 | 110,2 | 188 | 131,0 |
| 13 | 13 | 57 | 53,2 | 101 | 85,3 | 145 | 110,7 | 189 | 131,4 |
| 14 | 13,9 | 58 | 54,0 | 102 | 85,9 | 146 | 111,2 | 190 | 131,9 |
| 15 | 14,9 | 59 | 54,8 | 103 | 86,5 | 147 | 111,7 | 191 | 132,3 |
| 16 | 15,9 | 60 | 55,7 | 104 | 87,2 | 148 | 112,2 | 192 | 132,7 |
| 17 | 16,9 | 61 | 56,5 | 105 | 87,7 | 149 | 112,5 | 193 | 133,2 |
| 18 | 17,8 | 62 | 57,2 | 106 | 88,4 | 150 | 113,2 | 194 | 133,7 |
| 19 | 18,8 | 63 | 58,1 | 107 | 89,1 | 151 | 113,7 | 195 | 134,0 |
| 20 | 19,7 | 64 | 58,8 | 108 | 89,7 | 152 | 114,3 | 196 | 134,4 |
| 21 | 20,8 | 65 | 59,6 | 109 | 90,4 | 153 | 114,7 | 197 | 134,8 |
| 22 | 21,7 | 66 | 60,4 | 110 | 90,9 | 154 | 115,3 | 198 | 135,2 |
| 23 | 22,7 | 67 | 61,2 | 111 | 91,6 | 155 | 115,8 | 199 | 135,7 |
| 24 | 23,7 | 68 | 62,0 | 112 | 92,2 | 156 | 116,3 | 200 | 136,0 |
| 25 | 24,6 | 69 | 62,8 | 113 | 92,8 | 157 | 116,6 | 210 | 141,6 |
| 26 | 25,6 | 70 | 63,5 | 114 | 93,4 | 158 | 117,3 | 220 | 145,6 |
| 27 | 26,5 | 71 | 64,3 | 115 | 94,0 | 159 | 117,6 | 230 | 149,8 |
| 28 | 27,5 | 72 | 65,0 | 116 | 94,6 | 160 | 118,1 | 240 | 153,8 |
| 29 | 28,4 | 73 | 65,8 | 117 | 95,1 | 161 | 118,6 | 250 | 161,2 |
| 31 | 30,3 | 75 | 67,3 | 119 | 96,3 | 163 | 119,6 | 260 | 164,9 |
| 32 | 31,2 | 76 | 68,0 | 120 | 97,0 | 164 | 120,1 | 270 | 168,5 |
| 33 | 32,2 | 77 | 68,8 | 121 | 97,6 | 165 | 120,6 | 280 | 171,9 |
| 34 | 33,1 | 78 | 69,5 | 122 | 98,1 | 166 | 121,0 | 290 | 175,3 |
| 35 | 34,0 | 79 | 70,3 | 123 | 98,6 | 167 | 121,5 | 300 | 178,8 |
| 36 | 34,9 | 80 | 71,0 | 124 | 99,2 | 168 | 122,0 | 310 | 182,1 |
| 37 | 35,9 | 81 | 72,7 | 125 | 99,8 | 169 | 122,5 | 330 | 185,0 |
| 38 | 36,8 | 82 | 72,4 | 126 | 100,4 | 170 | 123,0 | 340 | 188,3 |
| 39 | 37,7 | 83 | 73,1 | 127 | 100,9 | 171 | 123,4 | 350 | 191,3 |
| 40 | 38,6 | 84 | 73,8 | 128 | 101,5 | 172 | 123,9 | 360 | 194,2 |
| 41 | 39,5 | 85 | 74,5 | 129 | 102,1 | 173 | 124,3 | 370 | 197,3 |
| 42 | 40,3 | 86 | 75,2 | 130 | 102,6 | 174 | 124,7 | 380 | 199,9 |
| 43 | 41,2 | 87 | 76,9 | 131 | 103,2 | 175 | 125,2 | 390 | 202,8 |
| 44 | 42,1 | 88 | 76,5 | 132 | 103,7 | 176 | 125,6 | 400 | 205,7 |

2.4.2. Визначення вмісту іонів HCO_3^-

До відтитрованої з фенолфталеїном проби води (див. 2.4.1) додати 2-3 краплини метилового жовтогарячого і титрувати 0,1Н розчином HCl від жовтого до жовтогарячого забарвлення (V_2). При цьому гідрокарбонат-іони (і наявні раніше, і ті, що утворилися при титруванні CO_3^{2-} - іонів), перетворюються на вільну вуглекислоту:



Розрахунок вмісту гідрокарбонатів виконують за формулою

$$X_{\text{HCO}_3^-} = \frac{(V_2 - V_1) \cdot C_{\text{HCl}} \cdot 1000}{V_{\text{H}_2\text{O}}} \quad \text{ммоль-екв/л,}$$

де V_2 - об'єм HCl , що пішов на титрування з метиловим жовтогарячим;

V_1 - об'єм HCl , що пішов на титрування проби води з фенолфталеїном, мл;

C_{HCl} - нормальна концентрація кислоти, моль/л;

$V_{\text{H}_2\text{O}}$ - об'єм проби води, взятої для аналізу, мл.

Вміст іону HCO_3^- (мг/л) розраховують як

$$Y_{\text{HCO}_3^-} = X_{\text{HCO}_3^-} \cdot M_e \quad \text{мг/л,}$$

де M_e - молярна маса еквіваленту іонів HCO_3^- , що дорівнює 61 г/моль.

Примітка. Визначення вмісту іонів HCO_3^- можна здійснити і в інший спосіб – окремим титруванням однієї проби води в присутності фенолфталеїну (V_1), а другої проби води – в присутності метилового жовтогарячого (V_3).

Тоді, розрахунок вмісту гідрокарбонатів виконують за формулою

$$Y_{\text{HCO}_3^-} = \frac{(V_3 - 2V_1) \cdot C_{\text{HCl}} \cdot M_e \cdot 1000}{V_{\text{H}_2\text{O}}} \quad \text{мг/л.}$$

Лабораторна робота № 4

Визначення карбонатної твердості води

1. Самостійна підготовка

Питання та задачі

1. Що таке карбонатна твердість води, в яких одиницях вона вимірюється?
2. Наявністю яких сполук у воді зумовлена карбонатна твердість води?
3. Якими способами можна усунути карбонатну твердість води?
4. Як визначають карбонатну твердість? Обґрунтувати вибір індикатора при визначенні карбонатної твердості.
5. Скласти рівняння реакції:
 - а) розклад гідрокарбонатів кальцію і магнію;
 - б) гідроліз гідрокарбонатів кальцію і магнію;
 - в) взаємодія гідрокарбонату кальцію з хлороводневою кислотою та гідроксидом кальцію.
6. Твердість води, що містить гідрокарбонат кальцію, дорівнює 3 ммоль екв/л. Скільки грамів гідрокарбонату кальцію міститься в 1 м³ цієї води?
7. На титрування 100 мл води в присутності метилоранжу витрачено 5 мл 0,1Н розчину HCl. Після кип'ятіння цієї води протягом години на титрування 100 мл води витрачено 1,5 мл 0,1Н розчину HCl. Визначити усуну та неусуну карбонатну твердість води.

2. Робота в лабораторії

Посуд та реактиви:

1. Колби для титрування місткістю 250 мл.
2. Піпетки місткістю 100 мл.
3. Бюретки місткістю 25 мл.
4. Робочий розчин; 0,1Н HCl.
5. Індикатор метилоранж (метиловий жовтогарячий).

Карбонатна твердість природної води зумовлена наявністю у воді гідрокарбонатів кальцію і магнію, які зумовлюють також лужність води.

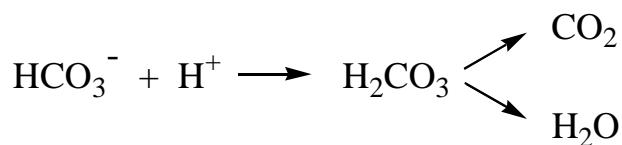
Різниця між лужністю загальною (L_3) і вільною (L_B) дорівнює вмісту гідрокарбонат-іону. Цю величину, виражену в ммоль-екв/л, називають карбонатною або тимчасовою твердістю води (T_K).

$$\text{при } \text{pH} > 9 \quad T_K = L_3 - L_B \text{ (ммоль-екв/л)}$$

$$\text{при } \text{pH} < 9 \quad T_K = L_3 \text{ (ммоль-екв/л)}$$

2.1. Хід визначення карбонатної твердості води при $\text{pH} < 9$

У конічну колбу місткістю 250 мл піпеткою вмістити 100 мл досліджуваної води. Додати 2-3 краплини метилового жовтогарячого. Титрувати пробу води 0,1Н робочим розчином НСІ до переходу забарвлення від жовтого до жовтогарячого (V_1). При цьому має місце наступна реакція:



Карбонатну твердість (T_K) розраховують за формулою

$$T_K = \frac{C_{\text{HCl}} \cdot V_{1\text{HCl}} \cdot 1000}{V_{\text{H}_2\text{O}}} \quad \text{ммоль-екв/л,} \quad (1)$$

де C_{HCl} - нормальна концентрація робочого розчину НСІ, моль/л;

$V_{1\text{HCl}}$ - об'єм робочого розчину соляної кислоти, мл;

$V_{\text{H}_2\text{O}}$ - об'єм взятої для аналізу води, мл.

2.2. Хід визначення карбонатної твердості води при $\text{pH} > 9$

а) до 100 мл проби води додають 2-3 краплини розчину фенолфталеїну і титрують 0,1Н розчином НСІ до знебарвлення (V_1);

б) до 100 мл проби води додають 2 – 3 краплини метилового жовтогарячого і титрують 0,1Н розчином НСІ від жовтого до жовтогарячого кольору (V_2).

Твердість карбонатну (T_K) обчислюють за формулою

$$T_K = \frac{(V_2 - V_1) \cdot C_{HCl} \cdot 1000}{V_{H_2O}} \quad \text{ммоль-екв/л,}$$

де V_2 - об'єм 0,1Н розчину HCl, який пішов на титрування у присутності метилового жовтого гарячого, мл;

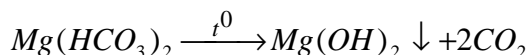
V_1 - об'єм 0,1Н розчину HCl, який пішов на титрування у присутності фенолфталеїну, мл;

C_{HCl} - нормальна концентрація розчину HCl, моль/л;

V_{H_2O} - об'єм проби води, взятий для аналізу, мл.

2.2.3. Визначення усувної та неусувної твердості води

Карбонатна твердість називається тимчасовою тому, що вона майже повністю може бути усунена кип'ятінням:



Тимчасову твердість поділяють на усувну і неусувну.

Визначення неусувної карбонатної твердості (T_H) проводять, як описано у досліді 2.1, після кип'ятіння досліджуваної води протягом 30 хвилин. Обчислення T_H ведуть за формулою (1).

Усувна карбонатна твердість води (T_U) розраховується як

$$T_U = T_K - T_H, \quad \text{ммоль-екв/л.}$$

Лабораторна робота № 5
Приготування і стандартизація робочих розчинів у
методі комплексонометрії

1. Самостійна підготовка

Питання та задачі

1. Яка сутність методів комплексонометричного аналізу?
2. Вимоги до реакцій, які використовуються в комплексонометричних методах аналізу?
3. Вплив рН на перебіг реакції під час титрування?
4. Індикатори, які використовуються в комплексонометричних методах аналізу?
5. Метод трилометрії. Робочі розчини методу, їх приготування та стандартизація.

2. Робота в лабораторії

Посуд та реактиви:

1. Бюкси для наважок.
2. Мірна колба місткістю 1 л.
3. Піпетки місткістю 100 мл.
4. Мірні циліндри місткістю 10 – 25 мл.
5. Індикатор еріохром чорний.
6. Конічні колби для титрування.

2.1. Приготування приблизно 0,05Н розчину трилону Б

Розрахувати наважку трилону Б, необхідну для приготування 1 л 0,05Н розчину ($M = 372,2$ г/моль). Трилон Б зважити на технічних терезах, перенести в мірну колбу, розвести в дистильованій воді, додаючи останню невеличкими порціями, довести до позначки і добре перемішати.

2.2. Приготування 0,05Н розчину $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Розраховану наважку $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ зважити на аналітичних терезах і розвести в мірній колбі місткістю 1 л, добре перемішати.

2.3. Приготування амонійної буферної суміші

20 г хлориду амонію марки х.ч. розвести в 100 мл дистильованої води й перемішати із 100 мл 20 %-ного розчину NH_4OH , довести дистильованою водою до 1 л.

2.4. Приготування індикатора

Змішують 0,25 г еріохрому чорного з 50 г сухого NaCl .

2.5. Визначення концентрації робочого розчину трилона Б (стандартизація)

Визначення проводять при $\text{pH} = 9,2$. У конічну колбу відміряти піпеткою 100 мл 0,05Н розчину сульфату магнію, додати циліндром 5 мл амонійної буферної суміші та декілька кристалів індикатора еріохрому чорного. Титрувати трилоном Б до переходу вишнево-червоного забарвлення в синє. Обчислити нормальну концентрацію трилону Б за формулою

$$C_{\text{ТР}} = \frac{C_{\text{MgSO}_4} \cdot V_{\text{MgSO}_4}}{V_{\text{ТР}}} \quad \text{моль-екв/л,}$$

де $C_{\text{ТР}}$ - нормальна концентрація робочого розчину трилону Б, моль- екв/л;

C_{MgSO_4} - нормальна концентрація розчину сульфату магнію, моль-екв/л;

V_{MgSO_4} - об'єм розчину сульфату магнію, взятого для титрування, мл;

$V_{\text{ТР}}$ - об'єм розчину трилону Б, що пішов на титрування, мл.

Лабораторна робота № 6

Визначення загальної твердості води і вмісту іонів кальцію та магнію

1. Самостійна підготовка

Питання та задачі

1. Присутністю яких солей зумовлена загальна, тимчасова й постійна твердість води?
2. Які методи існують для визначення загальної твердості води? Як визначають постійну твердість?
3. Які індикатори використовують у комплексометричному методі визначення іонів кальцію та магнію у воді? На чому засновано їх використання?
4. В якому середовищі проводиться комплексометричне визначення загальної твердості води, чим це пояснюється? Поясніть дію аміачної буферної суміші.
5. Які іони заважають визначенню загальної твердості води комплексометричним методом, як ліквідувати їх вплив?
6. У 1 м³ води міститься 55,5 г CaCl₂ й 120 г MgSO₄. Чому дорівнюватиме загальна твердість води?
7. Розрахувати, скільки г трилону Б треба взяти для приготування 2 л 0,01Н розчину (M = 372,2 г/моль).

2. Робота в лабораторії

Посуд та реактиви:

1. Колби конічні для титрування місткістю 250 мл.
2. Піпетки місткістю 100 мл, 50 мл, 25 мл.
3. Бюретки для титрування місткістю 25 мл.
4. Амонійна буферна суміш (pH=9,2).
5. Робочий 0,05 Н розчин трилону Б.
6. Індикатор еріохром чорний (0,5 г еріохрому чорного Т ретельно розтирають із 100 г NaCl .ч.д.а.).

7. 2Н розчин NaOH.
8. Індикатор мурексид (1 масова частина мурексиду + 99 масових частин NaCl).
9. 10%-ний розчин NaOH.

2.1. Визначення загальної твердості води

Визначення проводять при рН=9,2. У конічну колбу місткістю 250 мл відміряти піпеткою необхідний об'єм води, що аналізується, залежно від припущеної твердості (див. табл.1). Додати 5 мл амонійної буферної суміші і 5 – 6 кристалів індикатора еріохрому чорного. Титрувати 0,05 Н робочим розчином трилону Б до переходу вишнево-червоного забарвлення в синє, весь час енергійно перемішуючи вміст колби. "Свідком" може бути перетитрована проба, оскільки при додаванні надмірної кількості трилону Б забарвлення більше не змінюється. Титрування повторити кілька разів.

Таблиця 1. - Рекомендований об'єм досліджуваної води і концентрації трилону Б залежно від припущеної твердості

| Припущена твердість води, ммоль екв/л | Об'єм проби води для аналізу, мл | Концентрація розчину трилону Б, моль екв/л |
|---------------------------------------|----------------------------------|--|
| 0,005 – 5,0 | 50 | 0,05 |
| 5,0 – 10,0 | 25 | 0,05 |
| 10,0 – 20 | 10 | 0,05 |

Записати результати титрування і зробити розрахунок загальної твердості води T_3 за формулою

$$T_3 = \frac{C_{TP} \cdot V_{TP} \cdot 1000}{V_{H_2O}} \quad \text{ммоль-екв/л,}$$

де C_{TP} - нормальна концентрація робочого розчину трилону Б, моль- екв/л;

V_{TP} - об'єм робочого розчину трилону Б, мл;

V_{H_2O} - об'єм проби води, взятої для титрування, мл.

2.2. Визначення вмісту іонів кальцію у воді

Визначення вмісту іонів Ca^{2+} проводять при $\text{pH} \sim 12$. У конічну колбу місткістю 250 мл відміряти певний об'єм досліджуваної води (див. табл.2).

Таблиця 2 – Рекомендований об'єм досліджуваної води і концентрація трилону Б залежно від концентрації іонів кальцію у воді.

| Концентрація іонів, ммоль екв/л | Об'єм проби води, мл | Концентрація трилону Б моль екв/л |
|------------------------------------|----------------------|--------------------------------------|
| 0,5 – 2,5 | 100 | 0,05 |
| 2,5 – 5,0 | 50 | 0,05 |
| 5,0 – 10,0 | 25 | 0,05 |

Додати 2 мл 10%-ного розчину NaOH . Внести декілька кристалів суміші мурексиду з NaCl (на кінці шпателя). Після розчинення індикатора розчин забарвлюється в рожевий колір. Титрувати 0,05Н розчином трилону Б при енергійному перемішуванні до появи бузкового забарвлення. Титрувати в присутності “свідка” – перетитрованої проби.

Вміст іонів Ca^{2+} (ммоль-екв/л) розрахувати за формулою

$$X_{\text{Ca}^{2+}} = \frac{C_{\text{ТР}} \cdot V_{\text{ТР}} \cdot 1000}{V_{\text{H}_2\text{O}}} \quad \text{ммоль-екв/л,}$$

де $C_{\text{ТР}}$ - нормальна концентрація робочого розчину трилону Б, моль- екв/л;

$V_{\text{ТР}}$ - об'єм робочого розчину трилону Б, що пішов на титрування, мл;

$V_{\text{H}_2\text{O}}$ - об'єм проби води, взятої для титрування, мл.

Вміст іонів кальцію (мг/л) розраховують як

$$Y_{\text{Ca}^{2+}} = X_{\text{Ca}^{2+}} \cdot M_e(\text{Ca}^{2+}) \quad \text{мг/л,}$$

де $M_e(\text{Ca}^{2+})$ - молярна маса еквіваленту кальцію (20,04), г/моль.

Вміст іонів магнію розраховують як

$$X_{\text{Mg}^{2+}} = T_{\text{заг.}} - T_{\text{Ca}^{2+}} \quad \text{ммоль-екв/л,}$$

або

$$Y_{\text{Mg}^{2+}} = (T_{\text{заг.}} - T_{\text{Ca}^{2+}}) \cdot M_e(\text{Mg}^{2+}) \quad \text{мг/л,}$$

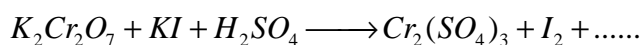
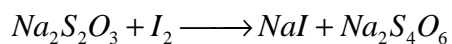
де $M_e(\text{Mg}^{2+})$ - молярна маса еквіваленту іонів магнію, яка дорівнює 12,15 г/моль.

Лабораторна робота № 7
Приготування і стандартизація робочих розчинів у методі
йодомерії

1. Самостійна підготовка

Питання та задачі

1. Які окислювально-відновні процеси лежать в основі методу йодомерії? Складіть електронні рівняння цих процесів.
2. Які робочі розчини застосовують для визначення відновників і окислювачів? Як готують ці розчини?
3. Які речовини застосовують для визначення концентрації тіосульфату натрію? Чому дорівнюють фактори еквівалентності тіосульфату натрію і йоду?
4. Назвіть умови, дотримання яких обов'язкове при йодомеричних визначеннях.
5. Який індикатор застосовується при йодомеричних визначеннях? Як його готують і в який момент при титруванні додають?
6. Чим відрізняється метод заміщення від методу прямого титрування в йодомерії?
7. Скласти рівняння окислювально-відновних реакцій:



Визначити фактори еквівалентності та молярні маси еквівалентів окислювачів і відновників у цих реакціях.

8. Скільки мл 0,5Н розчину $Na_2S_2O_3$ потрібно для титрування йоду, який виділиться при взаємодії 50 мл 0,2Н розчину $KMnO_4$ з надлишком KI у присутності H_2SO_4 ?

2. Робота в лабораторії

Посуд, приладдя, реактиви:

1. Терези аналітичні.
2. Бюкси, лійки, мірні колби місткістю 200 – 250 мл.
3. Бюретки місткістю 25 мл.
4. Піпетки місткістю 15 – 20 мл.
5. Колби конічні для титрування.
6. Сірчана кислота ($\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$), розбавлена 1 : 4
7. 7%-ний розчин KI

2.1. Приготування робочого розчину тіосульфату натрію

Розрахувати наважку $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ для приготування 0,02Н розчину об'ємом, який був заданий. Зважити її на технохімічних терезах, розчинити в темній склянці необхідної місткості і залишити стояти 7 – 10 днів у темному місці.

2.2. Приготування стандартного 0,02Н розчину $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

Розрахувати наважку біхромату калію, необхідну для приготування 250 мл 0,02Н розчину $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, зважити її на аналітичних терезах. Кількісно перенести наважку, яку взяли, до 250 мл мірної колби і розчинити в воді. Потім долити водою до позначки і добре перемішати. Розрахувати концентрацію виготовленого розчину.

2.3. Встановлення концентрації робочого розчину $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

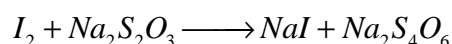
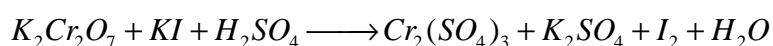
методом заміщення

Наповнюють бюретку розчином $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ і встановлюють рівень останнього на нулі. У велику конічну колбу наливають 5 – 7 мл 7% -ного розчину КІ і 10 – 15 мл розчину H_2SO_4 (1:4). До отриманої суміші, додержуючи всі правила, додають піпеткою 20 мл 0,02Н розчину $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. Потім накривають колбу годинниковим склом і дають постояти в темному місці 5 – 7 хвилин. Після цього годинникове скло знімають, ополіскують його над колбою, розводять виготовлений розчин до об'єму приблизно 200 мл дистильованою водою і розпочинають титрувати до світло-жовтого забарвлення, а потім додають 5 мл розчину крохмалю і продовжують титрування до знебарвлення.

Перевіряють точність титрування. Для цього до відтитрованого розчину додають одну краплину 0,02Н розчину $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. Якщо розчин перетитрований, то повинно з'явитися стійке синє забарвлення.

Визначення повторюють кілька разів, знаходять нормальну концентрацію.

Рівняння реакцій мають такий вигляд:



Методом напівреакцій розставити коефіцієнти. Обчислити фактори еквівалентності й молярні маси еквівалентів окислювачів і відновників.

Лабораторна робота № 8

Визначення розчиненого в воді кисню методом Вінклера

1. Самостійна підготовка

Питання та задачі

1. Як потрапляє розчинений кисень до природної води?
2. Значення розчиненого кисню для життя вищих організмів у воді?
3. Від яких факторів залежить концентрація у воді розчиненого кисню?
4. Сутність йодометричного методу визначення розчиненого кисню.
5. Як характеризує розчинний кисень якість природних вод?
6. В яких одиницях виражають кількість розчиненого кисню в воді?

2. Робота в лабораторії

Посуд та реактиви:

1. Колби місткістю 250 мл та 500 мл.
2. Бюретка місткістю 25 мл.
3. Лійка з гумовою трубкою.
4. Піпетки місткістю 1 і 10 мл.
5. Лужний розчин KI:
 - а) 150 г KI розчиняють у 100 мл дистильованої води;
 - б) 500 г NaOH або 700 г KOH розчиняють у 500 мл дистильованої води;
 - в) обидва розчини змішують і доводять об'єм до 1 л.
6. 0,5 % -вий розчин крохмалю.
7. Розчин MnCl_2 або MnSO_4 (зважують 425 г $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ або 480 г $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, розводять у дистильованій воді і доводять до 1 л).
8. Розчин H_2SO_4 (1:4).

Хід визначення

Перед безпосереднім визначенням відкалібрувати кисневу склянку. Для цього зважити на технічних терезах з точністю до 0,01 г порожню склянку з пробкою, а потім заповнену по вінця дистильованою водою. Різниця ваги дає вагу дистильованої води та її об'єму.

У відкалібровану склянку певної ємкості за допомогою лійки з гумовою трубкою, яка опущена на дно, обережно налити по вінця досліджувану воду, таким чином, щоб на внутрішній поверхні не залишилося пухирців повітря. Занурюючи піпетку до половини склянки, долити по 1 мл розчину хлориду або сульфату марганцю і розчину лужної суміші (KOH+KI). Закрити склянку пробкою.

При цьому частина води (2 мл) буде витиснута із склянки пробкою. На дні склянки утворюється білий осад $Mn(OH)_2$. Вміст склянки старанно перемішати і поставити склянку для відстоювання утвореного осаду не менш ніж на 10 хвилин. За цей час під дією кисню води білий осад $Mn(OH)_2$ буріє в результаті утворення MnO_2 . Потім пробу підкислюють, додаючи піпеткою 3 мл розчину сірчаної кислоти (1:4). Піпетку спочатку занурюють майже до поверхні осаду і в міру витікання розчину її повільно піднімають так, щоб осад не скаламутився. При цьому бурий осад MnO_2 розчиняється, а розчин в наслідок утвореного йоду стає жовтого кольору. Суміші дають постояти в темному місці 5 – 7 хвилин. Потім розчин переливають у чисту конічну колбу місткістю 500 мл і негайно титрують 0,02Н розчином тіосульфату натрію до світло-жовтого забарвлення. Додають 1 мл 0,5 % - ного розчину крохмалю і продовжують титрувати до зникнення синього кольору.

Вміст розчиненого кисню (C_X) обчислюють за формулою

$$C_X = \frac{C_{Na_2S_2O_3} \cdot V_{Na_2S_2O_3} \cdot 8 \cdot 1000}{V_{H_2O} - 2} \quad \text{мг О/л,}$$

де $C_{Na_2S_2O_3}$ - нормальна концентрація тіосульфату натрію, моль-екв/л;

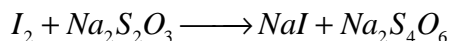
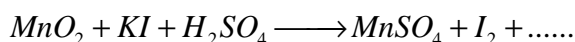
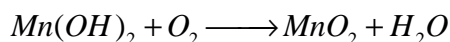
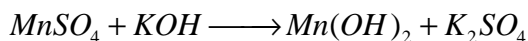
$V_{Na_2S_2O_3}$ - об'єм розчину $Na_2S_2O_3$, витрачений на титрування, мл;

8 - молярна маса еквіваленту кисню, г/моль;

V_{H_2O} - об'єм проби води, мл;

2 - об'єм води, яка вилилась при фіксації розчиненого кисню, мл.

Методом напівреакцій розставити коефіцієнти у всіх наступних рівняннях:



Визначити фактори еквівалентності та молярні маси еквівалентів окислювачів та відновників.

Ступінь насичення води киснем (%) визначають за формулою

$$O_2 = \frac{C_X \cdot 100}{C_0}$$

де C_X – рівноважна концентрація кисню в мгО/л при температурі води, взятої для аналізу, та атмосферного тиску 760 мм рт.ст.

Величину C_0 для різних температур обчислюють за формулою

$$O_2 \text{ (мг/л)} = 4,505 \cdot 10^{-3} \cdot t^2 - 3,716 \cdot 10^{-1} \cdot t + 14,650$$

Лабораторна робота № 9
Приготування і стандартизація робочих розчинів у
методі аргентометрії

1. Самостійна підготовка

Питання та задачі

1. У чому сутність методу аргентометрії?
2. Які робочі розчини застосовують у методі аргентометрії?
3. Як готують робочі розчини, встановлюється їх точна концентрація?
4. Який індикатор застосовується в аргентометрії?
5. Застосування методу аргентометрії в аналізі води.
6. Визначити концентрацію розчину AgNO_3 , коли відомо, що на титрування 20 мл розчину, в 250 мл якого утримується 0,7312 г NaCl , витрачено 18,25 мл розчину AgNO_3 .
7. Скільки іонів хлору утримується в воді (в мг/л), якщо на титрування 100 мл води витрачено 25 мл 0,05Н розчину AgNO_3 . Чи можна використовувати цю воду для питних цілей?

2. Робота в лабораторії

Посуд, матеріали і реактиви:

1. Піпетка місткістю 20, 25 мл.
2. Бюретка місткістю 25 мл.
3. Конічна колба місткістю 250 мл.
4. Мірна колба місткістю 200, 250 мл.
5. NaCl , ч. д. а.
6. AgNO_3 , ч. д. а.
7. Насичений розчин хромату калію (індикатор)
8. Дистильована вода.

2.1. Приготування 0,05Н розчину AgNO_3

В якості головного стандартного розчину в аргентометрії використовують розчин AgNO_3 . Нітрат срібла у водному розчині - нестійка речовина в наслідок перебігу окисно-відновних реакцій за участю Ag^+ -іонів, які є окисниками багатьох органічних домішок у воді. Тому розчин AgNO_3 готують за приблизною наважкою, а потім стандартизують за первинним стандартним 0,05 Н розчином NaCl

Для приготування 0,05Н розчину AgNO_3 спочатку розраховують наважку, необхідну для виготовлення 1л розчину. Оскільки $f(\text{AgNO}_3)=1$, а $M_{\text{AgNO}_3} = 169,89$ г/моль, то наважка солі буде складати:

$$m(\text{AgNO}_3) = 169,89 \cdot 0,05 \cdot 1 = 8,494 \text{ г солі.}$$

Так як у продажі не буває хімічно чистої (х. ч.) AgNO_3 , робочі розчини солі срібла готують приблизної концентрації. 8 – 9 г нітрату срібла (зважені на технічних терезах) розводять в 1 л води, добре перемішують і зберігають у посудині з темного скла.

2.2. Приготування стандартного розчину NaCl

Спочатку розраховують наважку NaCl, необхідну для приготування 0,05N розчину. Взявши на аналітичних терезах з точністю до 0,0002 г наважку NaCl, переносять її крізь лійку в мірну колбу на 1 л і розчиняють і воді. Розводять дистильованою водою до позначки, щільно закривають колбу пробкою і старанно перемішують. За наважкою розраховують концентрацію отриманого розчину.

2.3. Визначення концентрації робочого розчину AgNO_3

Вливають у конічну колбу для титрування піпеткою певний об'єм 0,05N розчину NaCl (20,00 – 25,00 мл). Додають 1 – 2 краплини індикатора K_2CrO_4 і титрують розчином AgNO_3 , який приготували (див. 2.1) до отримання осаду бурого кольору. Колбу під час титрування ставлять на білий папір і збовтують. Титрування повторюють кілька раз.

Результати титрування занотовують до наступної таблиці:

| № | Об'єм NaCl, мл | Концентрація NaCl | Об'єм AgNO_3 , мл | Концентрація AgNO_3 |
|----|----------------|-------------------|----------------------------|------------------------------|
| 1. | | | | |
| 2. | | | | |
| 3. | | | | |

Обчислення нормальної концентрації робочого розчину AgNO_3 ведуть за середнім об'ємом AgNO_3 , що пішов на титрування:

$$C_{\text{AgNO}_3} = \frac{C_{\text{NaCl}} \cdot V_{\text{NaCl}}}{V_{\text{AgNO}_3}} \text{ моль/л,}$$

де C_{AgNO_3} - нормальна концентрація розчину AgNO_3 , моль/л;

C_{NaCl} - нормальна концентрація розчину NaCl, моль/л;

V_{AgNO_3} - об'єм розчину AgNO_3 , що пішов на титрування, мл;

V_{NaCl} - об'єм розчину NaCl, взятий для титрування, мл.

Лабораторна робота № 10

Визначення вмісту хлорид-іонів у воді методом Мора

1. Самостійна підготовка

Питання та задачі

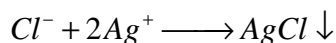
1. Яка умова випадіння осадів?
2. Чим зумовлено використання K_2CrO_4 в якості індикатору в методі Мора?
3. Який порядок випадіння осадів при титруванні хлорид-іонів розчином нітрату срібла в присутності хромату калію.
4. На розчин, що вміщує 0,01 М іонів хлору та йоду, діють розчином нітрату срібла. Яка з солей $AgCl$ ($ДР \approx 10^{-16}$) чи AgI ($ДР \approx 10^{-10}$) випаде в осад у першу чергу?

2. Робота в лабораторії

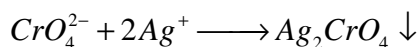
Посуд, матеріали і реактиви:

1. Піпетки місткістю 100, 50, 10, 1 мл.
2. Бюретки місткістю 25 мл.
3. Колби конічні місткістю 250 мл – 2 шт.
4. Крапельниця з фенолфталеїном.
5. Колориметрична пробірка.
6. 0,05Н розчин $AgNO_3$.
7. Суспензія гідроксиду амонію.
8. 5%- вий розчин хромовоокислого калію
9. 10%-вий розчин $AgNO_3$.
10. 0,1Н розчин $NaOH$ і H_2SO_4 .

Титриметричне визначення хлоридів аргентометричним методом Мора ґрунтується на утворенні в нейтральному або слабко лужному середовищі (рН 6,5 -10) малорозчинного білого осаду хлориду срібла ($ДР = 1,78 \cdot 10^{-10}$)



Для встановлення кінця титрування використовують індикатор - хромат калію K_2CrO_4 , який з надлишком іонів срібла утворює бурий осад хромату срібла ($ДР = 1,1 \cdot 10^{-12}$)



Можливість титриметричного визначення хлоридів у присутності хромат-іонів пояснюється тим, що осад хлориду срібла менш розчинний, ніж осад хромату срібла:

$$C_{AgCl} = [Ag^+] = \sqrt{1,78 \cdot 10^{-10}} = 1,3 \cdot 10^{-5} \text{ моль/л} ;$$

$$C_{Ag_2CrO_4} = [CrO_4^{2-}] = \sqrt[3]{1,1 \cdot 10^{-12} / 4} = 6,5 \cdot 10^{-5} \text{ моль/л} .$$

Очевидно, що бурий осад хромату срібла почне утворюватися тільки після того, коли повністю випаде осад хлориду срібла.

Метод Мора застосовують для визначення хлоридів у воді при концентрації понад 2 мг/л. Без додаткового розбавлення можна титрувати проби води з концентрацією хлоридів до 100 мг/л.

Визначенню хлоридів заважають сульфіти, сульфіди та тіосульфати, які можна розкласти пероксидом водню у лужному середовищі. Фосфат-іони заважають при концентрації понад 25 мг/л, іони заліза – при концентрації > 10 мг/л.

Для питної води вміст хлорид-іонів не повинен перевищувати 350 мг/л.

2.1. Якісне визначення

У колориметричну пробірку наливають 5 мл води і додають три краплини 10%-ного розчину нітрату срібла. Приблизний вміст хлорид-іонів визначають за характером осаду або муті відповідно до вимог таблиці:

| Характеристика осаду або муті | Вміст Cl – іону, мг \л |
|---|------------------------|
| 1. Опалесценція або слабка муть | 1 – 10 |
| 2. Велика муть | 10 – 50 |
| 3. Утворюються пластівці, осаджуються не одразу | 50 – 100 |
| 4. Білий об'ємний осад | більш 100 |

2.2. Кількісне визначення

Залежно від результатів якісного визначення відбирають у конічну колбу 100 мл досліджуваної води (або менший її об'єм 10 – 15 мл) і доводять до 100 мл дистильованою водою. Без розведення визначають хлориди в концентрації до 400 мг/л. рН титрованої проби повинен бути в межах 6,5 – 10. Якщо це не так, то треба додати 2 краплини фенолфталеїну. При появі рожевого забарвлення прилити по краплях 0,1Н розчин H_2SO_4 до знебарвлення. При відсутності забарвлення нейтралізувати пробу 0,1Н розчином NaOH до появи рожевого забарвлення, що зникає при помішуванні.

Якщо вода каламутна, її фільтрують через беззольний фільтр, промитий гарячою водою. Якщо вода має кольоровість вище 30^0 , пробу знебарвлюють додаванням гідроксиду амонію. Для цього до 200 мл проби додають 6 мл суспензії гідроксиду амонію, а суміш збовтують до знебарвлення рідини. Потім пробу фільтрують через беззольний фільтр. Перші порції фільтру відкидають.

Відміряний об'єм води вносять у дві конічні колби і додають до кожної з них по 1 мл розчину K_2CrO_4 . Одну пробу титрують робочим 0,05Н розчином нітрату срібла до появи бурого відтінку, другу використовують як контрольну пробу. При значному утриманні хлоридів утворюється осад AgCl , що заважає визначенню. У цьому випадку до відтитрованої першої проби додають 2 – 3 краплини титрованого розчину NaCl до зникнення оранжевого відтінку, потім титрують іншу пробу, користуючись першою як контрольною.

Вміст хлорид-іону (X) обчислюють за формулою

$$X = \frac{C_{\text{AgNO}_3} \cdot V_{\text{AgNO}_3} \cdot \text{Me}_{\text{Cl}^-} \cdot 1000}{V_{\text{H}_2\text{O}}} \quad \text{мг/л,}$$

де C_{AgNO_3} - нормальна концентрація робочого розчину нітрату срібла, моль/л;

V_{AgNO_3} - об'єм нітрату срібла, витрачений на титрування, мл;

Me_{Cl^-} - молярна маса еквіваленту хлорид-іону $\text{Me} = 35,45$ г/моль;

$V_{\text{H}_2\text{O}}$ - об'єм проби, взятої для титрування, мл.

Розбіжність між результатами повторних визначень при вмісті Cl^- від 20 до 200 мг/л – 2 мг/л, при більш високому утриманні – 2 відн. %.

Лабораторна робота № 11

Визначення вмісту вільного залишку хлору у воді

1. Самостійна підготовка

Питання та задачі

1. Які методи використовують для знезараження природної води на станціях водопідготовки?
2. В яких реакціях бере участь хлор у процесі хлорування природної води?
3. Що таке хлоропоглинання води і від яких факторів залежить його величина?
4. На чому ґрунтується бактерицидна дія вільного залишкового хлору в воді?
5. Що таке показник хлорованості води і як його величина характеризує ступінь забруднення домішками природної води?
6. Чому дорівнює показник хлорованості води, якщо для забезпечення вмісту вільного залишкового хлору у воді на рівні 0,5 мг/л після її хлорування протягом 30 хвилин потрібна доза введеного хлору 1,42 мг/л?

2. Робота в лабораторії

Посуд та реактиви:

1. Конічна колба місткістю 200 мл – 6 шт.
2. Фарфорова чашка випарювальна місткістю 200 мл.
3. Піпетка місткістю 100 мл.
4. Вимірювальна піпетка місткістю 0,1 – 1 мл.
5. Хлорна вода з вмістом вільного залишкового хлору 0,1 мг/л.
6. 5Н розчин соляної кислоти.
7. 0,005%-ний розчин метилоранжу

Призначення методу

Найбільш розповсюдженим методом знезараження природної води є хлорування, що призводить до окислення і руйнування речовин, які входять до складу протоплазми клітин бактерій.

При цьому більша частина хлору, що називається хлоропоглинанням, витрачається на окислення органічних і мінеральних домішок води і лише незначна його частина йде на руйнування бактеріальних клітин.

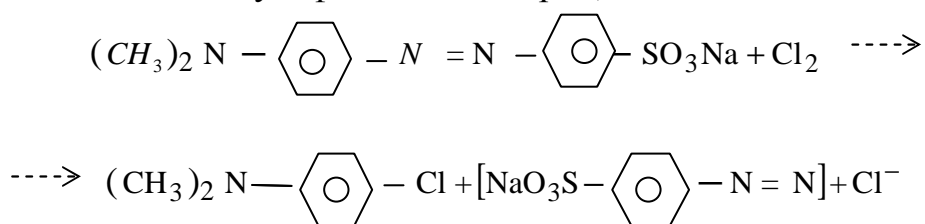
Ступінь завершення реакцій окислення домішок, швидкість яких взагалі різна і визначається, перш за все, хімічною природою домішок, залежить як від тривалості контакту хлору з водою, так і від дози введенного хлору. Тому для порівняльної оцінки хлоропоглинання при різних початкових дозах хлору використовують однакову тривалість хлорування води.

Встановлено, що для збереження бактерицидних властивостей протягом тривалого часу, концентрація вільного залишкового хлору в воді після 30-хвилинного контакту має бути не нижча 0,5 мг/л. Величина, обернена дозі введенного хлору, що забезпечує вміст залишкового хлору 0,5 мг/л, називається показником хлорованості води. Тобто, чим чистіша природна вода, тим більший показник хлорованості.

Показник хлорованості залежить від численних факторів, вплив яких ап-ріорі оцінити неможливо, тому достовірні значення його можна визначити лише експериментальним шляхом, що є метою даного методу.

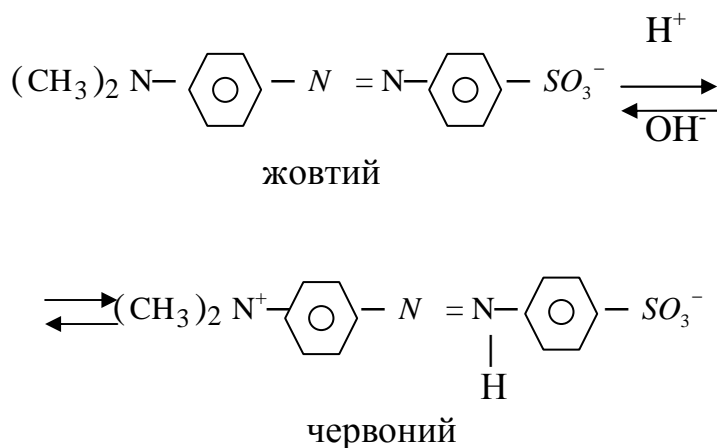
Сутність методу

Метод ґрунтується на окисненні вільним хлором метилоранжу (парадиметиламіно-азобензолсульфонокислого натрію):



Ця реакція характерна для взаємодії між метилоранжем та хлором, тоді як у хлорамінів окислювальний потенціал недостатній для руйнування метилоранжу.

При досягненні точки еквівалентності в процесі титрування хлорованої води метилоранжем з'являється червоне забарвлення, характерне для цього індикатора в кислому середовищі:



Хід визначення

У шість конічних колб вносять піпеткою по 100 мл досліджуваної води і послідовно в кожну з колб з інтервалом 5 хвилин доливають піпеткою хлорну воду з вмістом активного хлору 0,1 мг/л у кількостях, зазначених у табл.1:

| Показники | Номер колби | | | | | |
|--|-------------|-----|-----|-----|-----|-----|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| Об'єм хлорної води, мл | 0,5 | 1,0 | 1,5 | 2,0 | 2,5 | 3,0 |
| Доза введенного хлору, що відповідає цьому об'єму хлорної води, мг/л | 0,5 | 1,0 | 1,5 | 2,0 | 2,5 | 3,0 |

Колби збовтують і закривають пробками. Оскільки тривалість обробки води хлором у всіх колбах повинна дорівнювати 30 хв., то через 5 хвилин після доливання хлорної води в останню шосту колбу починають визначення залишкового хлору в першій колбі. У кожній наступній колбі залишковий хлор визначають з інтервалом у 5 хвилин.

Методика визначення вільного залишкового хлору у воді відповідає ДОСТу 18190-72. У фарфорову чашку відбирають з колби піпеткою пробу води об'ємом 100 мл, додають 2 – 3 краплини 5Н розчину соляної кислоти і при перемішуванні швидко титрують 0,005% розчином метилоранжу до появи незначущого рожевого забарвлення.

У разі відсутності 0,005% розчину метилоранжу його заздалегідь готують шляхом розчинення 50 мг метилоранжу в дистильованій воді в мірній колбі і

доведення об'єму розчину дистильованою водою до 1 л. 1 мл цього розчину відповідає 0,0217 мг вільного хлору.

Вміст вільного залишкового хлору X обчислюють за формулою

$$X = \frac{(0,04 + V_2 \cdot 0,0217) \cdot 1000}{V_1} \text{ мг/л,}$$

де 0,04 - емпіричний коефіцієнт;

V_2 - об'єм 0,005%-го розчину метилоранжу, витраченого на титрування, мл;

0,0217 - титр розчину метилоранжу;

V_1 - об'єм води, взятий для аналізу, мл.

Результати визначення вмісту вільного залишкового хлору вносять до табл. 2:

| Номер колби | Доза введенного хлору, мг/л | Вміст вільного залишкового хлору, мг/л |
|-------------|-----------------------------|--|
| 1 | 0,5 | |
| 2 | 1,0 | |
| 3 | 1,5 | |
| 4 | 2,0 | |
| 5 | 2,5 | |
| 6 | 3,0 | |

За даними табл. 2 будують графік, що ілюструє хлоропоглинання взятої на аналіз води – залежність залишкового хлору від дози введенного хлору

За графіком визначають дозу введенного хлору X_1 , що забезпечує концентрацію вільного залишкового хлору у воді 0,5 мг/л і обчислюють показник хлорованості води $\Pi_{\text{ХЛ}}$ за формулою

$$\Pi_{\text{ХЛ}} = \frac{1}{X_1}, \text{ л/мг}$$

За величиною отриманого показника хлорованості роблять висновок про ступінь забрудненості води різними домішками і встановлюють оптимальну дозу введенного хлору.

ЗМІСТ

| | |
|---|-----------|
| ВСТУП | 3 |
| 1. Лабораторна робота № 1. Приготування і стандартизація робочих розчинів у методі нейтралізації | 3 |
| 2. Лабораторна робота № 2. Визначення кислотності та лужності води | 11 |
| 3. Лабораторна робота № 3. Визначення наявності різних форм вуглекислоти у воді | 16 |
| 4. Лабораторна робота № 4. Визначення карбонатної твердості води | 22 |
| 5. Лабораторна робота № 5. Приготування і стандартизація робочих розчинів у методі комплексонометрії | 25 |
| 6. Лабораторна робота № 6. Визначення загальної твердості води і вмісту іонів кальцію і магнію | 27 |
| 7. Лабораторна робота № 7. Приготування і стандартизація розчинів у методі йодометрії | 30 |
| 8. Лабораторна робота № 8. Визначення розчиненого у воді кисню методом Вінклера | 32 |
| 9. Лабораторна робота № 9. Приготування і стандартизація розчинів у методі аргентометрії | 34 |
| 10. Лабораторна робота № 10. Визначення вмісту хлорид-іонів у воді методом Мора | 36 |
| 11. Лабораторна робота № 11. Визначення вмісту вільного залишку хлору в воді ... | 39 |

НАВЧАЛЬНЕ ВИДАННЯ

Методичні вказівки
до виконання лабораторних робіт
з дисципліни

«АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ»

(для студентів 2 курсу заочної форми навчання
напряму 6.060103 «Гідротехніка (водні ресурси)»)

Укладачі **Мураєва** Ольга Олексіївна,
Нат Тетяна Павлівна,
Зайцева Інна Сергіївна,
Волювач Сергій Васильович

Відповідальний за випуск *Т. П. Нат*

Редактор *З. М. Москаленко*

Комп'ютерний набір *О. О. Мураєва*

Комп'ютерне верстання *Н. В. Зражевська*

План 2010, поз. 118М

| | |
|------------------------------|--------------------|
| Підп. до друку 26.03.2010 р. | Друк на ризографі. |
| Формат 60×84/16 | Ум.-друк. арк. 1,9 |
| Тираж 50 пр. | Зам. № |

Видавець і виготовлювачі
Харківська національна академія міського господарства,
вул. Революції, 12, Харків, 61002
Електронна адреса: rectorat@ksame.kharkov.ua
Свідоцтво суб'єкта видавничої справи:
ДК № 4064 від 12.05.2011 р.